LC/MS Application News No.86

水質規制農薬 9 種の一斉分析

ゴルフ場で使用される農薬や田畑で使用される農薬の水源への汚染が問題となり、多くの農薬の残留基準が設定されています。アプリケーションニュースNo.67においても11農薬の一斉分析法を報告しましたが、追加農薬としてオキシン銅,チオファネートメチル、カルベンダジム及びシデュロンを加え9種類の農薬の一斉分析法について紹介します。Fig.1には9種類の農薬標準品（1ppm）のTICを示しました。オキシン銅はこの移動相条件では2-オキソキノリンに分解し測定されます。またシデュロンは異性体が存在するため、2本のピークが観察されました。Scanモードの測定では正イオンモードでは8種類の農薬が観察され、負イオンモードでは5種類が観察されました。その中でメコプロンプのみが負イオンモードで観察されました。Fig.2、3には全農薬のマススペクトルを示しましたが、メコプロップのみが負イオンモードでのマススペクトルでベンスリドを除いてプロトンが負荷あるいは脱離した擬分子イオンが観察されました。SIMモードでは各イオンモードで測定されたマススペクトルのベースピークをモニターイオンとし測定しました。結果はFig.4の通り、時間プログラムにより最適化することで0.2ppb以下での検出が可能でした。

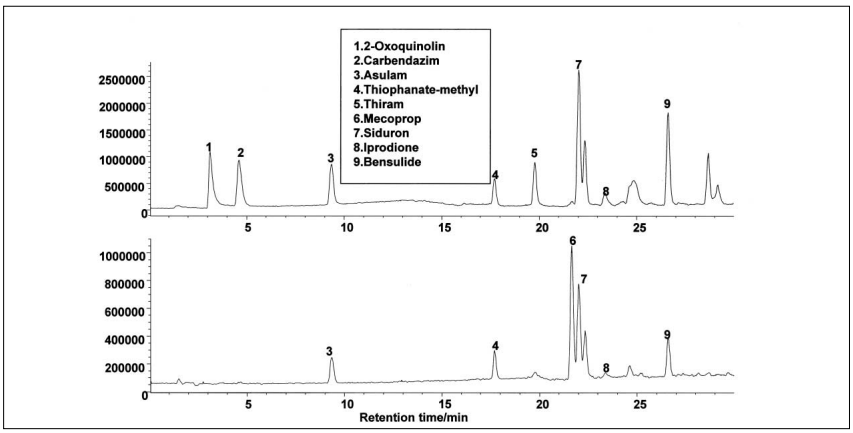

Fig.1　TIC of 11 pesticides solution（1ng / µl）

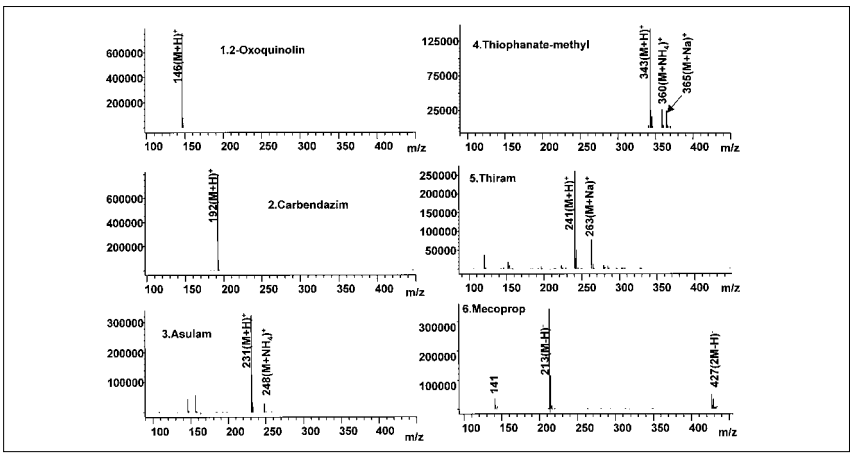

Fig.2　Mass spectra of 6 pesticides（1ng / µl）

Table 1　HPLC and MS conditions

HPLC		MS	
Instrument	：Agilent 1100	Instrument	：Agilent 1100MSD SL
Column	：Inertsil ODS3（150mm, 2.1mm, 5um）	Mass range	：m/z 100 ～ 500
Mobile phase A	：CH_3CN	Ionization	：Electrospray
Mobile phase B	0.1% HCCOOH	Fragmentor	：100V
	A / B = 20/80 －(50min)－ 10/0	Nebulizer	：N_2（50 psi）
Flow rate	：0.2 ml/min	Drying gas	：N_2（10 L/min, 350 ℃）
Oven temp.	：40 ℃	Mode	：Positive and Negative
Injection vol.	：30 µl		

Agilent Technologies

TI 16B2G1-086
2001.9 発行

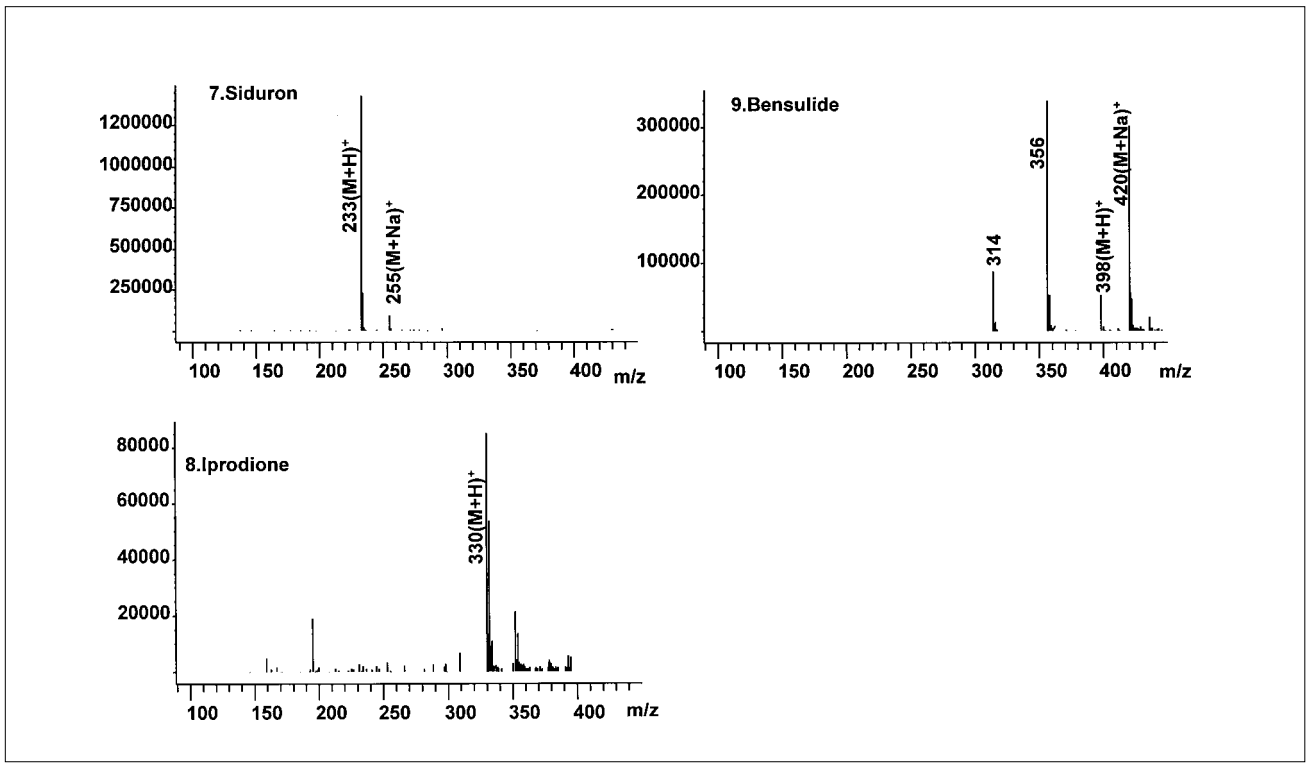

Fig.3 Mass spectra of 3 pesticides（1ng / μl）

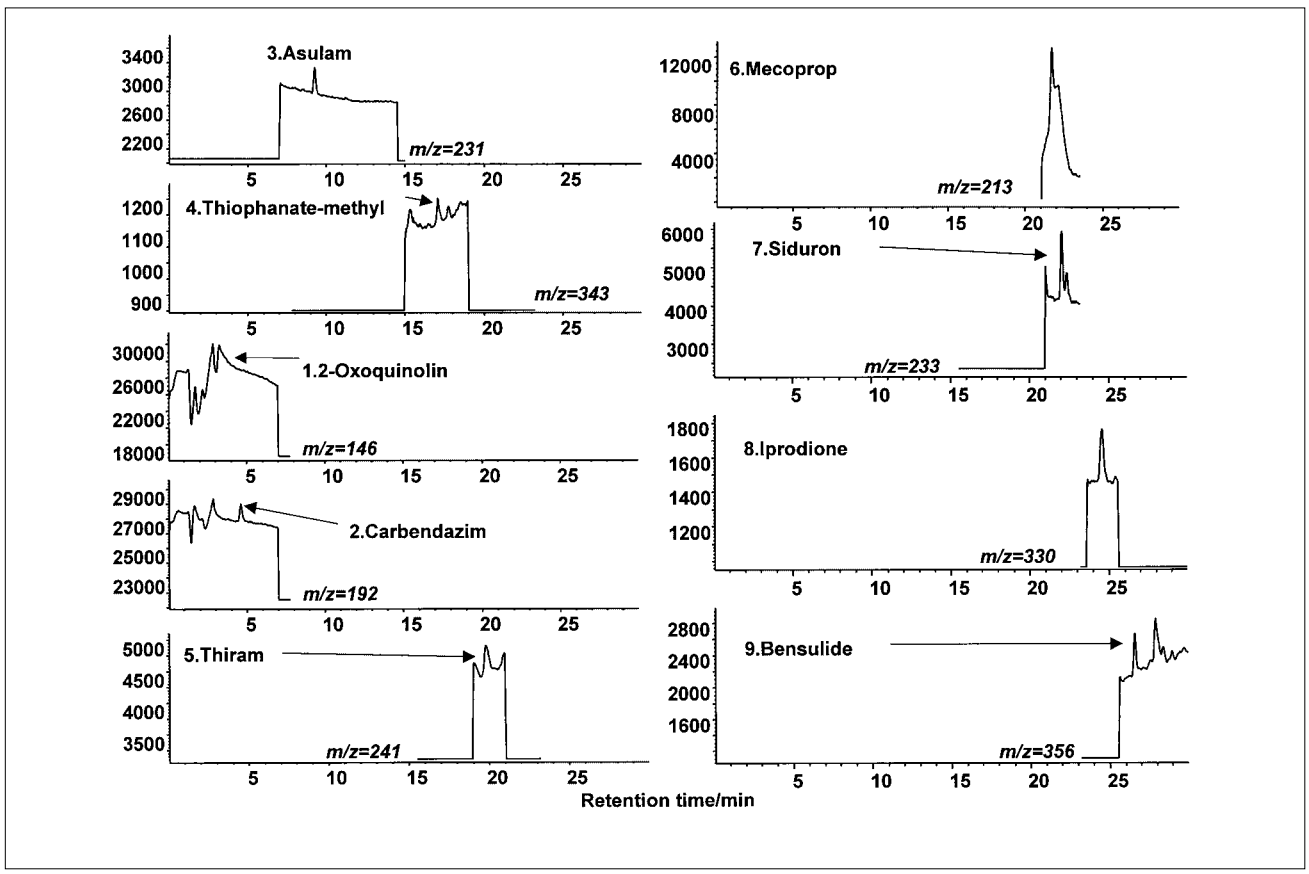

Fig.4 SIM Chromatogram of 9 pesticides（0.2pg / μl）

本書の一部または全部を無断複製することは禁止されています。
〔記載内容は、お断りなく変更することがあります。また記載内容は検収条件ではありません。〕